

28 - W2189-02

POWER COMPOSITION OF PROPOLIS EXTRACT AND METHOD FOR PRODUCING THE SAME**Publication number:** JP2003000161**Publication date:** 2003-01-07**Inventor:** YOSHIKAZUMI KAZUMA; SAKAGUCHI HIROYUKI; TSUJI TOMOKO; SAKAI ANRI; NAGAI RIKIHIRO**Applicant:** FANCL CORP; TOYOTAMA PERFUMERY**Classification:**

- international: A23L1/076; A61K35/64; A61K47/36; A61P1/04; A61P9/10; A61P29/00; A61P31/04; A61P39/06; A23L1/076; A23L1/076; A61K35/56; A61K47/36; A61P1/00; A61P9/00; A61P29/00; A61P31/00; A61P39/00; A23L1/076; (IPC1-7): A23L1/076; A61K7/00; A61K35/64; A61K47/36; A61P1/04; A61P9/10; A61P29/00; A61P31/04; A61P39/06

- european:**Application number:** JP20010186627 20010620**Priority number(s):** JP20010186627 20010620

Report a data error here

Abstract of JP2003000161

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide both a powder composition of a propolis extract having excellent processing suitability and production suitability such as prevention of trouble in a filling step and a method for producing the propolis powder. **SOLUTION:** This powder composition of the propolis extract is obtained by mixing a starch and/or cellulose with a hydrous ethanol solution of the propolis extract, vacuum drying the resultant mixture by heating and then pulverizing the dried material. The residual content of the alcohol in the powder composition of the resultant propolis extract is $\leq 1\%$. The extract powder composition has excellent processing suitability to a tablet or a capsule and production suitability such as prevention of trouble in the filling step.

Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2003-161

(P2003-161A)

(43) 公開日 平成15年1月7日 (2003.1.7)

(51)Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	フォーマット*(参考)	
A 2 3 L	1/076	A 2 3 L	1/076	4 B 0 4 1
A 6 1 K	7/00	A 6 1 K	7/00	K 4 C 0 7 6
	35/64		35/64	4 C 0 8 3
	47/36		47/36	4 C 0 8 7
A 6 1 P	1/04	A 6 1 P	1/04	

審査請求 未請求 請求項の数 6 O L (全 6 頁) 最終頁に続く

審査請求 未請求 請求項の数 6 O L (全 6 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2001-186627 (P2001-186627)

(22) 出願日 平成13年6月20日 (2001.6.20)

(71) 出願人 593106918

株式会社ファンケル

神奈川県横浜市栄区飯島町109番地1

(71) 出願人 000241278

豊玉香料株式会社

東京都中央区日本橋蛸殻町1丁目14番5号

(72) 発明者 吉積 一真

神奈川県横浜市戸塚区上品濃12番13号 株

式会社ファンケル中央研究所内

(74) 代理人 100098556

弁理士 佐々 敏造

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 プロポリス抽出物の粉末組成物及びその製造方法

(57) 【要約】

【課題】 加工適性及び充填工程におけるトラブルの防止などの製造適性に優れたプロポリスエキス粉末、その製造方法を提供すること。

【解決手段】 でんぶん及び／又はセルロースとプロポリス抽出物の含水エタノール溶液を混合し、得られた混合物を減圧加熱乾燥させた後、粉碎する。このようにして得られるプロポリス抽出物の粉末組成物はアルコール残存量が1%以下である。また、錠剤やカプセル剤への加工適性及び充填工程におけるトラブルの防止などの製造適性に優れている。

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 プロポリス抽出物とでんぷん及び／またはセルロースを含有してなるプロポリス粉末組成物。

【請求項 2】 でんぷんに対してセルロースが 0.01 重量%以上 99.9 重量%以下である請求項 1 記載のプロポリス抽出物の粉末組成物。

【請求項 3】 でんぷん及び／又はセルロースとプロポリス抽出物の含水エタノール溶液を混合し、得られた混合物からエタノールを除去することを特徴とする、プロポリス抽出物の粉末組成物の製造方法。

【請求項 4】 でんぷん及び／又はセルロースとプロポリス抽出物の含水エタノール溶液を混合し、得られた混合物を 30～70℃の温度で減圧加熱乾燥させた後、粉碎する、プロポリス抽出物の粉末組成物の製造方法。

【請求項 5】 請求項 1 又は 2 記載のプロポリス抽出物の粉末組成物を含有する食品、医薬又は化粧料。

【請求項 6】 請求項 3 または 4 記載の製造方法により製造されたプロポリス抽出物の粉末組成物を含有する食品、医薬又は化粧料。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明が属する技術分野】本発明は、食品、医薬及び化粧品などとして利用が可能な、エタノール残存量が 1%以下であるプロポリス抽出物の粉末組成物及びその製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】プロポリスとは、働き蜂が植物の若芽などの樹液を採取し、自らの唾液と混合して生産する物質であり、樹脂成分、芳香油、ミツロウ、揮発油、花粉、ミネラルなどを含有する樹脂状物質である。このプロポリスは、蜂の巣への外敵の侵入を防ぐ防御柵としての機能を有し、巣の割れ目を塞ぐ際の補強剤としての機能を有すると共に、小動物や昆虫等の死骸を覆って腐敗を防止するためにも用いられていることが知られている（特開平9-149765）。

【0003】このように、多様な機能を有するプロポリスは、ヒトにおいても抗炎症作用、抗潰瘍作用、抗菌作用、抗酸化作用等の広範な生理活性を有することが認められており、感染症、潰瘍、動脈硬化などの疾病の治療及び予防、美容などに役立つと考えられる。プロポリスの有効成分が、フラボノイドのような親油性の成分、有機酸のような親水性の成分、これらの中間成分、さらにはビタミン、ミネラルであることから、含水エタノールで抽出したプロポリス抽出物の含水エタノール溶液が健康食品、化粧品などの原料素材として広範に利用されている。

【0004】一方、錠剤やカプセル剤の製造に適した物性を有するプロポリス抽出物の粉末は、現在のところ製造、販売されていないのが現状である。そのため、通常はプロポリス抽出物の含水エタノール溶液に小麦胚芽油

などの植物油脂、レシチンなどの乳化剤、あるいはベクチン、ミツロウなどの分散安定剤を添加して低粘性化し、その後エタノールを除去することにより分散組成物として製造され、カプセル剤などの組成物として利用されている（特開平9-149765）。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】このように、プロポリスは優れた機能を有する健康食品及び医薬品、化粧品素材として広範に利用されるものであるが、前述のプロポリス抽出物の含水エタノール溶液は液状であるため取り扱いが不便である上に、容器、器具、皮膚、肌や衣服に付着すると洗浄除去が極めて困難である。また、そのままでは健康食品の主要剤形である錠剤やカプセル剤などの製造ができないという問題点がある。

【0006】さらに、錠剤やカプセル剤に使用されるプロポリス組成物は、エタノールを 1%以上というような高濃度で含有しており、エタノール臭気が残存する点など、プロポリス含有食品として必ずしも満足できるものではない。例えば、原料プロポリスからエタノールを用いて有効成分を抽出したプロポリス抽出物のエタノール溶液に、小麦胚芽油を 15～30 重量%を加えて減圧濃縮を行うことでエタノールを蒸発させ、プロポリス組成物中のエタノール含有量を低くする技術が報告されている（特開平9-206002）が、この際無理にエタノールを蒸発させると流動性が悪くなり、他の添加成分と混合しなくなり、不溶物を形成し、食品素材としての適性が悪くなり、さらには、錠剤やカプセル剤への充填工程に支障をきたすといったような問題点もある。

【0007】また、錠剤やカプセル剤に使用されるプロポリス抽出物を粉末化した粉末組成物に関して、プロポリス抽出物の含水エタノール溶液に薄片状の澱粉加水分解物あるいは乳糖を混合させて製造する方法が報告されているが（特開平8-70797）、加工適性は優れているものの、エタノールを 1%以上含有しているという問題点がある。また、嵩密度が小さく、ハードカプセルなどに充填する際粉末を少量しか充填できないため、有効量を摂取するためにはカプセルの数が多くなるという問題点もある。

【0008】さらに、還元サイクロデキストリンやデキストリンのような賦形剤にプロポリス抽出物の含水エタノール溶液を添加して、スプレードライヤー法により粉末を製造し、錠剤やカプセル剤に使用方法もあるが（特開平9-206003）、スプレードライヤー法は 180℃以上の温度により製造されることから、プロポリス抽出物の含水エタノール中の有効成分であるフラボノイドやビタミン、ミネラルなどが破壊され、生物活性を示さなくなる可能性がある。また、含水エタノール溶液の場合、粉末の嵩密度が小さくなり、錠剤やカプセル剤への加工適性が悪いというような問題点もある。

【0009】本発明の課題は、取り扱いが便利であり、

錠剤やカプセル剤などの製造が容易であり、エタノール含有量が1%以下である、しかも、製造工程において支障をきたさないようなプロポリス抽出物の粉末組成物及びその製造方法を提供することである。

【0010】

【課題を解決するための手段】本発明者は、プロポリス抽出物にでんぶん、セルロースを含有させて粉末化することにより、加工適性に優れたプロポリス粉末組成物が得られ、さらに、でんぶん及び／又はセルロースを攪拌しながら、これに含水エタノールで抽出したプロポリス抽出物の含水エタノール溶液を添加し、得られた混合物を減圧加熱乾燥させた後粉碎することにより、錠剤やカプセル剤への加工に適し、嵩密度が大きく、しかもエタノール含有量が1%以下であり、さらには、製造工程において支障をきたさないようなプロポリス抽出物の粉末組成物が製造できることを見出し、本発明を完成させた。

【0011】すなわち、本発明は、

1. プロポリス抽出物とでんぶん及び／またはセルロースを含有してなるプロポリス粉末組成物、
2. でんぶんに対してセルロースが0.01重量%以上99.9重量%以下である1記載のプロポリス抽出物の粉末組成物、
3. でんぶん及び／又はセルロースとプロポリス抽出物の含水エタノール溶液を混合し、得られた混合物からエタノールを除去することを特徴とする、プロポリス抽出物の粉末組成物の製造方法、
4. でんぶん及び／又はセルロースとプロポリス抽出物の含水エタノール溶液を混合し、得られた混合物を30～70℃の温度で減圧加熱乾燥させた後、粉碎する、プロポリス抽出物の粉末組成物の製造方法、
5. 1又は2記載のプロポリス抽出物の粉末組成物を含有する食品、医薬又は化粧料、及び
6. 3または4記載の製造方法により製造されたプロポリス抽出物の粉末組成物を含有する食品、医薬又は化粧料、である。

【0012】

【発明の実施の形態】本発明で使用するプロポリス抽出物の原料となるプロポリスとは、蜂が集めた樹脂状の黒い塊であり、ブラジル産プロポリス、中国産プロポリス、オーストラリア産プロポリスなど何れの産地のものでもよく、特に限定されるものではない。これらを混合して使用してもよい。プロポリスは親油性の成分、親水性の成分、それらの中間の性質を有する成分及びその他の成分を含有している。親油性の成分としてはフラボノイド類などが挙げられ、親水性の成分としては、クマール酸、ケイ皮酸などの有機酸が挙げられる。また、親水性と親油性の中間の性質を有する成分としてはエステル類などが挙げられ、その他の成分としては各種ビタミン、ミネラルなどが挙げられる。

【0013】このように、プロポリスは多種類の成分を含有していることから、エタノール単独や水単独の溶媒では有効成分を効率良く抽出することができず、また種々の生理活性も低い。従って、水を含有するエタノール溶液により原料プロポリスからプロポリス中の有効成分を抽出するのが好ましい。この含水エタノール溶液は、エタノール含有量が40～80重量%、好ましくは50～75重量%程度のものが原料プロポリスから各種有効成分を抽出するのに最適であるが、これに特に限定されるものではなく、エタノールと水の割合を適宜増減させても良い。

【0014】抽出されたプロポリス抽出物の含水エタノール溶液中のプロポリス抽出物濃度は特に制限はないが、10～70重量%、好ましくは20～60重量%程度が好ましい。この濃度が10重量%未満では、乾燥時に多量のエタノールや水を蒸発させる必要があり、70重量%を越えると含水エタノール溶液の粘度が高くなり過ぎ、エタノール残存量が高くなり、また加工適性も悪くなるというような問題が生じることがある。プロポリス抽出物は、プロポリス粉末組成物中、10～40質量%含有させることができる。

【0015】本発明で使用するでんぶんとは、一般的に市販されているでんぶんであり、減圧加熱乾燥法により製造されたでんぶんを使用するのが好ましく、そのようなでんぶんとしては松谷化学工業（株）製の商品名ラクトウエイ2を挙げることができる。減圧加熱乾燥法により製造されているでんぶんは、スプレードライヤー法により得られるものに対し、吸湿安定性に優れており、低粘性であることから、プロポリス中の成分、特に親油性の成分を多量に吸着することができる。なお、でんぶんの粒度は、例えば、30～200メッシュの範囲が適当である。

【0016】従来のスプレードライ法により製造されたでんぶんは、水分が3%以下、粘度が3000～4000cps、灰分が0.2%以下であるのに比べ減圧加熱乾燥法により製造されたでんぶんは、水分含量がより高く、粘度はより低い（例えば、水分が15.0±2.0%、粘度が30±10cps、灰分が1.5%以下）ことから、従来のスプレードライ法により製造されたでんぶんに比べプロポリスエキスの粉末組成物を製造するのに適している。でんぶんは、プロポリス粉末組成物中、60～90質量%含有させることができる。

【0017】本発明のセルロースも、一般的に市販されているものを使用することができる。粉末セルロースが好ましく、日本製紙（株）製の粉末セルロース、商品名KCフロックW-100をそのようなセルロースとして例示することができる。粉末セルロースは、見掛け比重が0.20～0.30g/cc、粒度が100メッシュパスであることから、結晶セルロースよりも粉末の製造に対する加工適性に優れている。セルロースは、プロポリ

ス粉末組成物中、60～90質量%含有させることができる。

【0018】次に、プロポリス抽出物の粉末の製造方法について説明する。でんぷん又はセルロース或いはでんぷんとセルロースの混合物と、プロポリス抽出物の含水エタノール溶液を攪拌等により混合し、得られた混合物を減圧加熱乾燥させた後、粉碎することにより、プロポリス抽出物の粉末組成物を製造することができる。減圧加熱乾燥は、好ましくは30～70℃の温度で行う。

【0019】より具体的には、例えば、まず、でんぷん0.1部～0.5部、好ましくは0.3部とプロポリス抽出物の含水エタノール溶液1部を混合機にて攪拌した後、減圧濃縮して含水エタノールの約80%を回収する。攪拌速度は100～500r.p.m.、好ましくは150～300r.p.m.程度である。次に、この濃縮物にさらにでんぷん0.1部～0.5部、好ましくは0.3部と必要なら粉末セルロース0.05部～0.5部、好ましくは0.2部を加え、高速混合機にて2時間～7時間、好ましくは5時間、十分に混合する。

【0020】混合の工程では、でんぷん及びセルロースを十分に攪拌する。攪拌を十分に行わないと、プロポリス抽出物の含水エタノール溶液を添加する際に、でんぷんやセルロースが水に溶解しやすいために部分的に水飴状態となることがあり、そのような場合、乾燥が部分的に不完全となる問題の生じることがある。これにより製造された粗塊状の混合物を、棚式乾燥機にて30～70℃の温度にて減圧加熱乾燥した後、チョッパー型粉碎機などで粉碎し、シフターにより篩い分けすることにより、プロポリス抽出物の粉末を製造することができる。なお、プロポリス抽出物の粉末の粒度は特に制限はないが、40メッシュパス程度が適当である。

【0021】この粉末中のプロポリス濃度は、10～60重量%、好ましくは20～40重量%程度である。10重量%未満では、錠剤やカプセル剤のような小型の製品中に摂取量に見合ったプロポリス抽出物量を得ることができず、60重量%を越えると、製造工程において生成物の粘性が高くなり製造が困難であり、またエタノールが1%以上残存するといった問題が生じる。このような製品中の高いプロポリス濃度は、従来の製造方法では困難であった。本発明の製造方法においては、でんぷん及びセルロースの優れた吸着性、高い嵩密度、良好な粉末物性により、乾燥や粉碎、充填などを容易に行うことができる。すなわち、でんぷん及びセルロースは、複雑な組成のプロポリス抽出物を吸着し、その状態で乾燥や粉末化が行われるため、乾燥や粉碎を効果的に行うことができ、また、エタノールの残存量を1%以下にすることができる。また、プロポリス抽出物の粉末組成物を製造する際、でんぷんあるいはセルロースを単独で用いても良いが、でんぷんとセルロースを重量比で1:5～5:1の割合、好ましくは3:1の割合で混合して用い

るのが好ましい。

【0022】上記のプロポリス粉末、上記の製造方法で得られたプロポリス粉末は、食品、医薬、化粧品に含有させることができる。プロポリス粉末含有医薬は、抗炎症作用、抗潰瘍作用、抗菌作用、抗酸化作用等の広範な生理活性を有し、感染症、潰瘍、動脈硬化などの疾病の治療及び予防に有用である。本発明のエタノール含有量が1%以下のプロポリス粉末は、食品として使用することができ、プロポリス粉末を含有した健康食品、美容食品として用いることができる。美容にも適しており、美容を目的として化粧品に利用できる。

【0023】食品、医薬、化粧品としては、プロポリス粉末を、0.001～90重量%配合することができる。食品、医薬の製剤としては、錠剤、カプセル剤、顆粒剤のような固形の組成物とすることができ、化粧品としては、粉体として、クリーム、乳液、パウダー等の各種製剤に配合することができる。医薬の適用方法としては、経口、非経口で適用できる。これらの製剤化方法としては、食品、医薬、化粧品の分野で通常採用されている製剤化方法を適用することができ、さらに、賦形剤、滑沢剤、吸収促進剤、安定化剤、乳化剤、香料等通常用いられている添加剤を配合することができる。

【0024】

【実施例】以下に実施例を挙げて、具体的に説明するが、これに限定されるものではない。

実施例1

ブラジル産プロポリス抽出物の70%エタノール水溶液（固形分量：20.3v/v%）100Kgに、でんぷん（松谷化学工業（株）製の商品名：ラクトウエイ2）30Kgを加え、200r.p.m.の攪拌速度にて攪拌する。その後減圧濃縮することにより含水エタノールの78%を回収した。この濃縮物にラクトウエイ2を30Kgと粉末セルロース（日本製紙（株）製の商品名：KCフロックW-100）20Kgを加え、200r.p.m.の攪拌速度にて約5時間、十分に攪拌した。全体が均一の混合物となつてから、この混合物を棚式の熱風乾燥機にて、50℃で48時間、減圧加熱乾燥した。乾燥物が冷却された後、これをチョッパー式の粉碎機（2mmメッシュスクリーン）にて粉碎した。次いで、これをシフターにより40メッシュ以下に篩い分けをした。さらに、40メッシュ以上の粉末はさらにらい塊機により細かくして粉碎し、このらい塊機による粉碎物をシフターにより、40メッシュ以下に篩い分けをすることにより、プロポリスエキス粉末93.5gを得た。

【0025】比較例1

ブラジル産プロポリス抽出物の70%エタノール水溶液（固形分量：21.5v/v%）100Kgに、薄片状の澱粉加水分解物（松谷化学工業（株）製の商品名：パインフロー）30Kgを加え、200r.p.m.の攪拌速度にて攪拌する。その後減圧濃縮することにより含水エタノ

ールの76%を回収した。この濃縮物に薄片状の澱粉加水分解物50Kgを加え、200r.p.m.の攪拌速度にて約5時間、充分に攪拌した。全体が均一の混合物となつてから、この混合物を棚式の熱風乾燥機にて、50℃で48時間、減圧加熱乾燥した。乾燥物が冷却された後、これをチョッパー式の粉碎機(2mmメッシュスクリーン)にて粉碎した。次いで、これをシフターにより40メッシュ以下に篩い分けをした。さらに、40メッシュ以上の粉末はさらにらい塊機により細かくして粉碎し、このらい塊機による粉碎物をシフターにより、40メッシュ以下に篩い分けをすることにより、プロポリスエキス粉末95.2gを得た。

【0026】比較例2

ブラジル産プロポリス抽出物の70%エタノール水溶液(固形分量:20.5v/v%)100Kgに、デキストリン(三和澱粉工業(株)製の商品名:サンディック)140Kgを加え、ホモミキサーで10分間分散させる。その後、水20Kgとエタノール40Kgを加え、ホモミキサーで再び20分間混合する。その混合溶液をL-8型スプレードライヤー(大川原化工機製)を用いて、入り口温度180℃、出口温度75℃、アトマイザー回転数20000r.p.m.の条件下にて乾燥させることにより、プロポリスエキス粉末89.9gを得た。

【0027】加工適性、製造適性の評価

実施例1及び比較例1及び2で製造したプロポリスエキス粉末について、以下の試験を行い、加工適性、エタノール残存量、製造適性について比較した。加工適性は、単発打錠機(岡田精工(株)製:II-30E型)を用いて錠剤を製造した後、硬度測定器(岡田精工(株)製:CH-20型)を用いて、硬度を測定することにより、加工適性の評価を行った。また、エタノール残存量は、*

* ガスクロマトグラフィー(ヒューレット・パッカード社製:HP-6980型)でエタノール残存量を測定し、製造適性は、一般に使用されているハードカプセル充填機(BOSCH社製:GKF-400型)を用いて、長時間充填(約5時間)させた際の適性(重量のバラツキ、スティッキング、粉末の流動性の良さなどの総合的な評価)について評価を行った。その結果を表に示す。

【0028】

【表1】

加工適性、製造適性の評価

評価	加工適性	エタノール残存量(%)	製造適性
実施例1	◎	0.15	◎
比較例1	◎	2.13	○
比較例2	×	4.26	△

表中の記号は、次の評価を示す。

◎:優れている、○:普通、×:不適

【0029】表の結果より、実施例1の本発明により製造されたプロポリスエキス粉末は、比較例2の粉末と比較して、加工適性及び製造適性に優れていることがわかる。比較例1のものは、エタノール残存量が1%以上であり、食品として使用するのに適さないが、実施例1の粉末はエタノール残存量が1%以下である。

【0030】

【発明の効果】本発明により、アルコール残存量が1%以下のプロポリス抽出物の粉末、また、錠剤やカプセル剤への加工適性及び充填工程におけるトラブルの防止などの製造適性に優れたプロポリスエキス粉末、その製造方法、その粉末を使用した食品、医薬、化粧品を提供することができる。

フロントページの続き

(51) Int. Cl.

識別記号

F I

テマコード(参考)

A 6 1 P 9/10
29/00
31/04
39/06

1 0 1

A 6 1 P 9/10
29/00
31/04
39/06

(72) 発明者 阪口 博之

神奈川県横浜市戸塚区上品濃12番13号 株式会社ファンケル中央研究所内

(72) 発明者 辻 智子

神奈川県横浜市戸塚区上品濃12番13号 株式会社ファンケル中央研究所内

(72) 発明者 酒井 案理

神奈川県南足柄市沼田65番地 豊玉香料株式会社内

(72) 発明者 長浦 力大

神奈川県南足柄市沼田65番地 豊玉香料株式会社内

F ターム (参考) 4B041 LD06 LE01 LH02 LH11 LK06
LK35 LP05
4C076 AA29 BB01 BB31 CC04 CC11
CC16 CC31 EE31 EE38 GG02
4C083 AA071 AD241 AD261 DD17
EE03 FF01
4C087 AA03 BB22 CA06 MA05 MA43
ZA45 ZA68 ZB11 ZB35